

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-197496

(43)Date of publication of application : 01.09.1986

(51)Int. Cl. C30B 19/00

// C30B 29/54

(21)Application number : 60-033838 (71)Applicant : NEC CORP
(22)Date of filing : 22.02.1985 (72)Inventor : SAOTOME YASUSHI

(54) METHOD OF GROWING CRYSTAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To grow easily single crystal from a compound in a liquid crystal state, by bringing seed crystal of a compound which is the same kind as that of liquid crystal or different from it into contact with the liquid crystal which is oriented by external force and made into a supercooled state.

CONSTITUTION: 2-Hydroxy-4-methoxybenzylidene-4'-butylaniline is placed on a cover glass which is rubbed with tissue paper in one direction many times, heated up to 70°C, made into an isotropic liquid, cooled to 40°C at about 1°C/min cooling rate and made into a supercooled nematic state. Seed crystal of the same compound is brought into contact with the compound, 2-hydroxy-4-methoxybenzylidene-4'-butylaniline performs epitaxial growth from the surroundings of the seed crystal, and the whole compound is uniformly crystallized as single crystal. Orientation of the compound caused by surface tension of the glass rubbed in one direction with the tissue paper contributes to formation of large single crystal. In this case, seed crystal of different kind of compound may be used.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

T S5/5/1

5/5/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

004766163

WPI Acc No: 1986-269504/198641

XRAM Acc No: C86-116855

Epitaxial crystal growth method - effected using seed crystal of similar substance in contact with liq. crystal oriented by external force and brought to super-cooled state

Patent Assignee: NEC CORP (NIDE)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

| Patent No | Kind | Date | Applicat No | Kind | Date | Week |
|-------------|------|----------|-------------|------|----------|----------|
| JP 61197496 | A | 19860901 | JP 8533838 | A | 19850222 | 198641 B |

Priority Applications (No Type Date): JP 8533838 A 19850222

Patent Details:

| Patent No | Kind | Lan Pg | Main IPC | Filing Notes |
|-------------|------|--------|----------|--------------|
| JP 61197496 | A | 3 | | |

Abstract (Basic): JP 61197496 A

Generally liq. crystal, esp. nematic one, has ability to orient its constituent molecules uniformly in one direction by application of electric or magnetic field, surface or mechanical force. It was found that crystal growth from oriented liquid crystal enables growth of large monocrystal compared to conventional methods.

USE/ADVANTAGE - Crystallisation exploiting orientation of liq. crystal is effected. (3pp Dwg.No.0/0)

Title Terms: EPITAXIAL; CRYSTAL; GROWTH; METHOD; EFFECT; SEED; CRYSTAL; SIMILAR; SUBSTANCE; CONTACT; LIQUID; CRYSTAL; ORIENT; EXTERNAL; FORCE; SUPER; COOLING; STATE

Derwent Class: E14; L03

International Patent Class (Additional): C30B-019/00; C30B-029/54

File Segment: CPI

?

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-197496

⑤ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和61年(1986)9月1日

C 30 B 19/00
// C 30 B 29/54

8518-4G
8518-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 結晶成長方法

⑰ 特 願 昭60-33838

⑱ 出 願 昭60(1985)2月22日

⑲ 発 明 者 五 月 女 靖 東京都港区芝5丁目33番1号 日本電気株式会社内

⑳ 出 願 人 日本電気株式会社 東京都港区芝5丁目33番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 内 原 晋

明 細 書

発明の名称 結 晶 成 長 方 法

特許請求の範囲

外力によって配向させしかも過冷却状態にした液晶に、同種あるいは異種の化合物の種結晶を接触させ、そこからエピタキシャル成長させることを特徴とする結晶成長方法。

発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は液晶の結晶化方法に関するものである。

(従来技術とその問題点)

有機物結晶の作成方法として、気相からの結晶成長、溶液からの結晶成長、溶融状態からの結晶成長の3種のみが用いられてきた。(この3種の結晶作成方法については、丸善刊、新実験化学講座、第1巻、基本操作Ⅱ、pp. 639-750.にまとめられている。)単結晶を作成しようとす

る場合気相からの結晶成長には、熱に対して弱い化合物に対しては適用することができないという問題点があり、ブリッジマン法を用いる融解状態からの結晶成長は温度制御を正確に行なわなければならないという困難さが伴なり。また溶液からの結晶成長は、大きい単結晶を得るには、肥大成長に非常に時間がかかるという問題点があった。また溶解しにくい化合物の結晶化に際しては、適当な溶媒の選択が難しいという点も問題であった。

(発明の目的)

本発明の目的は、液晶状態にある化合物から、結晶を作成するという結晶成長方法を提供することにある。

(発明の構成)

本発明によれば、外力によって配向させしかも過冷却状態にした液晶に、同種あるいは異種の化合物の種結晶を接触させてそこからエピタキシャル成長させることを特徴とする結晶成長方法が得られる。

(発明の原理)

本発明は、外力による液晶の配向性を利用して容易に単結晶を得ようとするものであり、この外力による配向は、液晶相に特有であって気相法、溶液法、溶融法のいずれにおいても利用できない。一般に液晶、特にネマティック液晶は、磁場、電場、表面力、あるいは機械力によって、構成分子が一様に一方向に配列する傾向があり、本発明者は、かかる一様に配向した状態における結晶成長を行えば、配向のない場合に較べて大きな単結晶が得られることを見いだした。磁場、電場、表面力、機械力の加え方は通常の方法で十分である。

(実施例)

2-ヒドロキシ-4-メトキシベンジリデン-4'-ブチルアニリン(エタノールより再結晶した結晶がネマティック相を示す温度範囲: 44.5 - 64.5℃、それ以下では結晶、それ以上では等方性液体)、3mgをカバーガラス上で70℃にまで加熱して等方性液体としたのち、約1℃/minの速度で40℃まで冷却して、過冷却ネマティック

(融点152℃、エタノールより再結晶したもの) 1片を種結晶として静かに接触させ、0.5℃/min以下の速度で室温(23℃)まで徐冷したところ、33.5℃付近で種結晶の周囲よりゆるやかに結晶成長をはじめ、数分後には全体が多結晶となった。生成した結晶は、ネマティック相を示す温度範囲36.5 - 64.5℃であった。さらに、同実験を、ティッシュペーパーを用いて何度も一方向にこすったカバーガラス上で行なったところ、全体が一様な単結晶となった。結晶成長開始温度(約33.5℃)、得られた結晶のネマティック範囲(36.5 - 64.5℃)は、ティッシュペーパーでこすったガラス上でも、こすらないガラス上でも不変であった。

以上4つの結晶成長実験において生成した結晶に365nmの紫外光を照射すると、前2者(2-ヒドロキシ-4-メトキシベンジリデン-4'-ブチルアニリンを種結晶としたもの)は、ケイ光を発し、後2者(2-ヒドロキシ-4-メトキシベンジリデン-4'-プロモアニリンを種結晶とし

たもの)はケイ光を発しなかった。

このネマティック状態に同化合物の種結晶(エタノールより再結晶したもの) 1片を静かに接触させることにより、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンジリデン-4'-ブチルアニリンは種結晶の周囲よりゆるやかに結晶成長を始め、途中で成長方向を何度も変えながら結晶化して行き、数分後には、全体が結晶化し多結晶が得られた生成した結晶のネマティック相を示す温度範囲は44.5 - 64.5℃であり、種結晶と全く一致した。別に、ティッシュペーパーを用いて一方向に何度もこすったカバーガラス上で全く同じ実験を行なったところ、種結晶の周囲より結晶化をはじめ、途中で結晶成長方向を変えることなく、全体が一様に、単結晶として結晶化した。一方向に摩擦されたガラスの表面力による配向がより大きな結晶の成長に寄与しているものと考えられる。

また、同液晶を40℃まで冷却して過冷却ネマティック状態にしたのち、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンジリデン-4'-プロモアニリン

たもの)はケイ光を発しなかった。

この照射特性は、種結晶のそれとよく一致している。

コーエン(Cohen)らの研究(ジャーナル・オブ・ケミカル・ソサエティー, J. Chem. Soc., 1964年2041ページ)によつて、2-ヒドロキシベンジリデンアニリン骨格を持つものの結晶のうち、ケイ光を発するものは結晶が分子の平行配列にもとづくフェイス・トゥ・フェイス型の密な構造となっており、ケイ光を発しないものは、平行配列しておらず、ルーズな結晶構造となっていることが明らかにされているので、前記液晶相からの結晶成長は、種結晶の結晶構造を反映していることが明らかである。また、種結晶によらず表面力による配向が、より大きな結晶を生成しやすくしていることは明らかである。

(発明の効果)

本発明によって液晶の配向性を利用した結晶成長方法が得られた。実施例ではシフ塩基系液晶を表面力によって配向させた場合を述べたが、か

かる実施例は本発明の適用範囲を何ら限定するものではない。

代理人 弁護士 内 原 晋

